

## English Translation of Selected Passages of JP-A-51-41732

From page 3, left upper column, line 5 to right upper column, line 5

The process for production of a water-dispersible carotenoid-containing powder composition by the present invention comprises

- a) preparing a solution of a carotenoid and an antioxidant in a volatile organic solvent,
- b) preparing an aqueous solution of sodium lauryl sulfate, a water soluble carrier composition, an antiseptic and a stabilizer and adjusting the pH of the solution to 10 to 11,
- c) preparing an emulsion by mixing the solution of the above a) and the solution of the above b) under high speed mixing and high shearing,
- d) removing the organic solvent while maintaining high speed mixing and high shearing, and
- e) adjusting the solid content of the emulsion using water, and spray drying the resulting emulsion.

From page 4, right upper column, line 9 to left lower column, line 1

Volatile organic solvents fit for use in the present invention are the same as known solvents for carotenoids. Such solvents include halogenated aliphatic hydrocarbons, preferably polyhalogenated methane such as chloroform, carbon tetrachloride and methylene chloride. However, other volatile solvents such as benzene and carbon disulfide can also be used. Chloroform is a preferred solvent.

優先権主張  
国名 アメリカ合衆国  
出願日 1974年8月13日  
出願番号 第497025号

特許願 (特許法第36条ただし書)  
(の規定による特許出願)

昭和50年8月11日

特許庁長官 斎藤英雄殿  
1. 発明の名称 水分散性カロチノイド含有粉末  
水分散性カロチノイド含有粉末  
ソセイジンゴヨウ カロチノイド含有粉末  
組成物及びその製造方法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 2

3. 発明者

住所 アメリカ合衆国ニュージャージイ州・キールニイ  
リンデンアベニュー 16  
氏名 トマス・ウイリアム・アントンキウ (ほか2名)

4. 特許出願人

住所 スイス国バーゼル・グレンツアーヘル  
ストラッセ 124-184  
名称 エフ・ホフマン・ラ・ロツシ・ウント・カンパニー  
(氏名) アクチエンゲゼルシヤフト  
代表者 ジャン・ジャック・オーケイ  
同 ノルベルト・コットンク  
国籍 スイス国

5. 代理人

住所 東京都港区赤坂1丁目9番15号  
日本自転車会館  
氏名 (6078) 弁理士 小田島平吉  
電話 585-2256



明細書

1. 発明の名称

水分散性カロチノイド含有粉末組成物及び  
その製造方法

2. 特許請求の範囲

第1項

カロチノイド及びラウリル硫酸ナトリウムを含  
んで成る、カロチノイドが0.1ミクロンより小さ  
い粒径を有する水分散性カロチノイド含有粉末  
組成物。

第2項

- (a) カロチノイド及び酸化防止剤の揮発性有機  
浴媒中の浴液をつくり、
- (b) ラウリル硫酸ナトリウム、水溶性固体組成  
物、防腐剤及び安定剤の水浴液をつくり、且

⑯ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 51- 41732

⑬公開日 昭51. (1976) 4. 8

⑪特願昭 50-96749

⑫出願日 昭50. (1975) 8. 11

審査請求 未請求 (全11頁)

府内整理番号

6258 47

⑫日本分類

Z3 BZ

⑬Int.Cl<sup>2</sup>

C09B 61/00

つ該浴液のpHを約10乃至11に調節し、

(a) 上記(a)及び(b)で得た浴液を高速での混合及  
び高剪断の両者を用いてエマルジョンをつく  
り、

(b) 高速混合及び高剪断を保持しながら該有機  
浴媒を除去し、そして

(c) 水を用いて該エマルジョンの固体分含量を  
調節し、次いで得られるエマルジョンを噴霧  
乾燥する、

ことを特徴とする、カロチノイドが0.1ミクロン  
より小さい粒径を有する水分散性カロチノイド  
含有粉末組成物の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はカロチノイド及びラウリル硫酸ナトリ  
ウムを含んで成り、そして該カロチノイドが0.1

ミクロンより小さい粒径を有する、水分散性カロチノイド-含有粉末組成物に関する。

本発明は又かかる粉末組成物の製造に関するものである。

カロテン、リコピン、ビキシン、セアキサンチン、クリプトキサンチン、ルナイン、カンタキサンチン、アスタキサンチン、 $\alpha$ -アボ-8'-カロチナール、 $\beta$ -アボ-12'-カロチナール、及びこれらのうちヒドロキシ又はカルボキシを含有するものカエステルは着色剤としてかなり重要な位置を占めている。

カロチノイドは黄色乃至赤色の顔料であり、植物及び動物界に存在する顔料と同一又は類似物の何れかである。天然に存在する顔料に対してこのような関係がある故に、カロチノイドは、着色材

料として使用するため、例えば食品及び医薬品又は化粧品のための合成着色剤の代替物としてかなりの利点を有する。又えてカロチノイドは例えば活性酸化物もしくは皮膚着色剤及びビタミンA活性剤を提供するために動物飼料中に使用される。

カロチノイドは水に不溶性で且つ比較的高い融点を有する物質である。さらにカロチノイドは非常に酸化を受けやすい物質である。これらの特性はこの結晶性物質を水性食品もしくは飼料の着色又はビタミンA源としての用途に対して直接使用する場合懸念を及ぼす。何故ならこの物質はこの形において不十分にしか吸収されないか又は、貧弱な着色効果しか与えないからである。カロチノイドの上記特性は特に水性媒体の着色において不利である。何故ならカロチノイドが水に不溶性

である結果として、均一な又は充分に強い着色効果を得るのが極めて困難だからである。而して、カロチノイドが水に不溶性であると言ふことは、例えばフルーツジュース、フルーツジュースもしくはフルーツジュースフレーバー入りミネラルウォーター、アイスクリーム等の如き水性ベースを有する食品、並びに例えばブティングパウダー、スープ粉末、乾燥粉末など、トマト濃縮液及びレモネードパウダーの様な乾燥飲料ベースの如き、水に加えて元の形にするか又は使用に先立ち水と共に調製される乾燥食品を着色するための着色剤としてカロチノイドを直接使用することに対する妨げとなつてゐる。

今回、本発明による粉末組成物は水溶液中に容易に分散することができて光学的に透明な水性組成物を形成し且つこれらの水溶液を所望の均一な色に着色するため、前記の不利な点を持たないことが見出された。

本発明の実施において使用されるカロチノイドは、着色剤として有用な公知の天然又は合成により入手し得るこの種の代表的な化合物、例えばカロテン、リコピン、ビキシン、セアキサンチン、クリプトキサンチン、ルテイン、カンタキサンチン、アスタキサンチン、 $\alpha$ -アボ-8'-カロチナール、 $\beta$ -アボ-12'-カロチナール、 $\beta$ -アボ-8'-カロチノ酸( $\beta$ -apo-8'-carotenoic acid)及びこれらの内のヒドロキシ又はカルボキシを含むもののエステル例えば低級アルキルエステル、好ましくはメチル及びエチルエステルである。上記カロチノイドは所望とする

色に依存して、単独又は混合物の状態で使用することができる。特に好ましくはカントキサンチンであり、これは天然物から得られるか又は合成により製造することができる。

本発明による水一分散性カロチノイド含有粉末組成物の製造方法は、

- a) カロチノイド及び酸化防止剤の揮発性有機溶媒中の溶液をつくり、
- b) ラウリル硫酸ナトリウム、水溶性担体組成物、防腐剤及び安定剤の水溶液をつくり、且つ該溶液のpHを1.0乃至1.1に調節し、
- c) 高速での混合及び高剪断の両者を用いて上記a) 及びb) で得た溶液のエマルジョンをつくり、
- d) 高速混合及び高剪断を保持しながら該有機

水相pH範囲を用いれば、有機溶媒除去後で且つ噴霧乾燥前の得られたエマルジョンのpHは約9から約1.0迄変化することができる。かかるエマルジョンからつくられたカロチノイド粉末は改良された安定性を有し、且つ水性食品調製物又は溶媒中に分散させた場合、元の減色力を全く同じ光学的透明性を有する製品を形成する。

本発明において使用する乳化技術は高速混合即ち約3,400乃至約12,000rpmを高剪断力と組合せて使用することを包含する。高剪断力は該エマルジョンの分散相中のカロチノイドに対して小さな粒径を得ること、従つて生ずる乾燥したカロチノイド含有粉末と成物中のカロチノイドに対して小さな粒径を得るのに必須である。

高剪断力とは物体の2つの接触部分がその接触

面を除去し、そして

- 水を用いて該エマルジョンの固形分含量を調節し、次いで得られるエマルジョンを噴霧乾燥する、

ことから成る。

該エマルジョンの水相前駆体のpHは、ラウリル硫酸ナトリウム及び得られるエマルジョンが7.0又はそれ以下のpHにおいて不安定であるから、臨界的要因(critical factor)である。加えて7.0又はそれ以下のpH値を有するエマルジョンから作られた噴霧乾燥カロチノイド粉末も又不安定であり、それから作られる溶液の透明性に悪影響を及ぼす。好ましくは水相エマルジョン前駆体のpHは1.0乃至1.1の範囲内にあるべきであり、1.0.4±0.2にあるのが最適である。この

面に平行を方向に相互に対してもべりを起こすように加えられた力をいう。効果的な剪断力は固形分含量及び混合される媒体の粘度、混合速度及びミキサーと混合容器の幾何学的形状に依存する。高速混合及高剪断力のこの2つの機能を達成するミキサーの型は、例えば一本の軸上に2個の逆向きフィードコーン(inverted feed cone)の間に固定された2個の分離した鋸歯状の環状水平剪断板(serrated circular horizontal shear plates)を有する單軸ミキサーを用いている型である。この型のミキサーを用いて高速混合及び高剪断力の両方が迅速に達成される。

本発明の水一分散性カロチノイド粉末を得る場合に重要なことは、分散相の小滴の粒径範囲を直径0.1ミクロン以下に保つために充分高い剪断力

を与えることである。すなはち、本発明の実験にとつて臨界的なことは、**油発生溶媒の除去の間高混合及び高剪断力を保持することである。**

修正された乳化技術及びラウリル硫酸ナトリウム乳化剤と共に調節された pH を使用することを組合わせることにより、該エマルジョンの分散した油相中におけるクロチノイドの粒径は 0.1 ミクロン以下までかなり減少し、主ずる乾燥したクロチノイド含有粉末組成物中のクロチノイドは粒径範囲が 0.1 ミクロンより小さくなる。該クロチノイド含有粉末組成物を水溶液中に分散させて光学的に透明な水性組成物を得る場合及び動物飼料中に使用した際の該クロチノイド粒子の生物的有効性 (bioavailability) を高める場合に、このクロチノイドの粒径は主要な要因である。従つて該

乾燥したクロチノイド含有粉末組成物の粒径はそれ自身臨界的要因ではない。

かくしてラウリル硫酸ナトリウムを乳化剤として使用した場合に約 2.5 重量%乃至約 1.5 重量%のクロチノイドを含む水一分散性粉末を製造することができる。重々のパーセントのクロチノイドを含むこれらのクロチノイド粉末組成物からつくられた水性組成物の透明性は優秀である。

本発明において使用するに適した揮発性有機溶媒はクロチノイドに対する公知の溶媒と同じものである。かかる溶媒はヘロゲン化脂肪族炭化水素、好ましくはポリハロゲン化メタシ例えばクロロホルム、四塩化炭素及び塩化メチレンである。しかしながら、他の揮発性溶媒例えばベンゼン又は二硫化炭素も又使用され得る。クロロホルムが

好ましい溶媒である。

本発明の好ましい製造法においては、ラウリル硫酸ナトリウム乳化剤、水溶性担体組成物 (セラチン、変性食用澱粉及び砂糖)、防腐剤 (アスコルビン酸、ソルビン酸及び安息香酸ナトリウム) 及び安定剤 (EDTA) を含んである水相エマルジョン前駆体を調製してその pH を塩基例えば水酸化ナトリウムで 1.0 乃至 1.1 に調節する。

油相エマルジョン前駆体は該クロチノイド及び酸化防止剤即ち BHT 及び 46-エトコフェロールをクロロホルム又は油の適當な揮発性溶媒中に溶解することによって製造される。かかる油の適當な溶媒は前述した通り、ヘロゲン化脂肪族炭化水素、ベンゼン又は二硫化炭素である。

クロチノイド含有油相は高速混合及び高剪断力

を用いて上記水相に加えられる。高混合及び高剪断力は揮発性有機溶媒のすべてが発発によって除去される迄乳化後も残される。

得られるエマルジョンは、簡単的な噴霧乾燥塔を使用する噴霧乾燥操作、二重分散技術 (double dispersion techniques) または小滴コレクティングパウダー (collecting powder) へ噴霧することにより小ピース状に乾燥すること、該エマルジョンのキャスティング (casting) の後乾燥及び粉碎すること、ドラム乾燥及び凍結乾燥技術に供し得る。

前記配合を使用して約 2 重量%乃至約 1.5 重量%のクロチノイドを含有する水一分散性クロチノイド含有粉末組成物を調製することができる。かかる粉末組成物のクロチノイド成分は 0.1 ミク

ンより小さい粒径を有する。かかる結果のカロチノイド濃度を有するカロチノイド含有粉末組成物の形成能力は、例えば、該粉末中のカロチノイドの濃度に依存して、極めて広範囲の色が溶液中で得られることを意味してゐる。

2.5重錠乃至15重錠の例えはカンタキサンチンを含む水一分散性粉末を、本発明の方法によつて調整することができる。その中に分散した粉末を含む水性組成物の透明性は優秀である。これらの水性カンタキサンチン組成物は赤色であり、光学的に透明であり且つ著しい着色能を有しており、これは光学的透明性が重要である商品即ち、フルーツジュース、シロップ、糖菓(confection)等の着色に有用である。

本発明の方法によつて調製された1の例えは

特開昭51-41732(5)ゼアキサンチンを含む小ビーズは、めんどりに与えた場合、大きな粒径のゼアキサンチンを使用する卵黄着色に比較して卵黄着色の著しい改善が成される。

該油相中の各成分を最適に乳化せしめるために該乳化方法において使用されるラウリル硫酸ナトリウムの量は、該粉末組成物の重量を基準として約1重錠乃至6重錠であることができる。より大量のラウリル硫酸ナトリウムを最終粉末に有効な作用を及ぼすことなく使用することができるが、しかしかかる大量の使用によつて特別の利益は得られない。

本発明によるカロチノイド粉末組成物は、カロチノイド及びラウリル硫酸ナトリウムに加えて、該粉末組成物の重量を基準として約2.5重錠乃至

ある。

さらに、該カロチノイド粉末組成物は該粉末の重量を基準として、約0.01重錠乃至約0.5重錠の食用香料的に許容し得る防腐剤、例えば下記の1種又はそれ以上を含む：安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、 $\alpha$ -ヒドロキシ安息香酸メチル(メチルペラベン)、 $\alpha$ -ヒドロキシ安息香酸プロピル(プロピルペラベン)等。

該カロチノイド粉末組成物の重量を基準として、約0.05重錠乃至約0.3重錠の食用の染料的に許容し得る安定剤、例えばエチレンジアミン四酢酸を、痕跡量の金属の作用に対して該エマルジョンを安定化するために使用することができる。

本発明の組成物は又、該カロチノイド粉末組成

至約9.0重錠の食用の染料的に許容し得る水溶性固体を含み、それは炭水化物、例えはサツカロース、フルクトースラクトース、低聚糖等及び水溶性保護コロイド例えはゼラチン、変性食用澱粉等から成り、その際水溶性保護コロイド対炭水化物の重量比は約1/1乃至約2/1の範囲である。該変性食用澱粉は、該種の穀物または根をベースとする天然澱粉例え、トウモロコシ、モロコシ(sorghum)、小麦、ジャガイモ、タピオカ、サゴ(sago)等の何れかを、該天然澱粉の物性を変性して所望の性質にする少度の成る程の化学試薬で処理することにより得られる製品である。本発明の組成物中に使用するに好ましい変性澱粉は、澱粉エステル-澱粉オクテニルコハク酸ナトリウム(Starch sodium octenyl succinate)で

物の重量を基準として約1重量%乃至約10重量%、好ましくは約6重量%乃至約7重量%の食用の染剤的に許容し得る酸化防止剤を含み、該酸化防止剤は例えばブチル化ヒドロキシアニソール(BHA)、ブチル化ヒドロキシトルエン(BHT)、アスコルビン酸及びトコフェロール類の如き通常の物質の1%又はそれ以上からなる。ヒドロキシトルエン及びdl- $\alpha$ -トコフェロールがカロチノイド1部乃至2部に対して各酸化防止剤の存続を約1部の最適濃度で使用された化合物である。

以下の実験例により本発明を更に説明する。

#### 実験例 1

2.5%カンタキサンチン吸着乾燥粉末

ゼラチン33.0%、サンカロース27.9%、ソ

dl- $\alpha$ -トコフェロール 22.5%

クロロホルム 52.5%

を含んで成る油相を、先ずBHTとdl- $\alpha$ -トコフェロールとの混合物を80℃に加熱することによりてBHTをdl- $\alpha$ -トコフェロール中に溶解することにより開発する、該溶液を55℃に冷却し、次いで透明な溶液になる迄クロロホルムと混合する。カンタキサンチンを窒素雰囲気下にこの溶液に加えそして溶解せしめる。

上記水相及び油相の両者を約50℃乃至55℃に加熱する。高速混合及び高剪断力ミキサーを用いて油相を水相にタフクリーと加える。添加が終つた後、高速高剪断混合を15分間続ければその間エマルジョンの温度は55℃に保持する。温度を徐々に上げ且つ、すべてクロロホルムが蒸発してしま

特開昭51-41732(6)  
ルビン酸0.75%及び安息香酸ナトリウム1.50%を蒸留水33.0%に加える。このセラチン混合物を約50℃で一夜水和させる(hydrate)ことにより可溶化する。

次の溶液を調製する:

|             |        |
|-------------|--------|
| アスコルビン酸     | 2.25%  |
| EDTA        | 0.75%  |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1.20%  |
| 蒸留水         | 105.0% |

次いでこの溶液を上記セラチン-油溶液に加えて核エマルジョンの水相を作る。この前段のpHを2.0重量%水酸化ナトリウム溶液を皮つて10.4±0.2に調節する。

|                    |       |
|--------------------|-------|
| カンタキサンチン           | 23.3% |
| ブチル化ヒドロキシトルエン(BHT) | 22.5% |

う迄混合を続ける。エマルジョンの温度が約75℃に達した時、この蒸発は通常完了する。

蒸発が行なわれてから間蒸留水をエマルジョンに加え適当な粘度を保持する。

すべてのクロロホルムを除去した後、充分な蒸留水を加えそして充分にエマルジョンと混和し、吸着乾燥に好適な粘度とエマルジョン固形分含量にする。

吸着乾燥塔を用いて通常の吸着乾燥条件下でエマルジョンを吸着乾燥する。

得られる粉末粗成物のカロチノイド成分は、0.1ミクロン以下の粒径を有する。この吸着乾燥粉末は自由流动性であり、水に溶かすと非常に透明な分散液を形成する。透明な果実の香りを持つセラチン型デザートとして及び香りを持つ水性吸

料につくりかえる目的の調製物に使用した時、得られる製品は優秀な透明性と色を有する。

安定性、即ち該水一分散性粉末における該カルボノイドの保持力を室温及び45℃で測定した。結果を下記表に示す。

| 温度 | 時間 | 容器 | 保持率 |
|----|----|----|-----|
| ℃  | 月  |    | %   |
| 室温 | 3  | 密閉 | 100 |
| 45 | 1  | 開放 | 97  |
| 45 | 1  | 密閉 | 100 |
| 45 | 2  | 開放 | 97  |
| 45 | 2  | 密閉 | 100 |
| 45 | 3  | 開放 | 94  |
| 45 | 3  | 密閉 | 100 |

## 実施例 2

下記の噴霧乾燥した水一分散性カルボノイド含有粉末を、実施例1に記載した如くして調製した5.0%、7.5%及び10%のカントキサンチンを含有するエマルジョンから生成させめた。

|                                    | 5.0%  | 7.5%  | 10%       |
|------------------------------------|-------|-------|-----------|
| カントキサンチン                           | 46.6% | 70%   | 93%       |
| BHT                                | 22.5% | 22.5% | 22.5%     |
| dl-α-トコフェロール                       | 22.5% | 22.5% | 22.5%     |
| サクカロース                             | 27.9% | 27.9% | 27.9%     |
| ゼラチン                               | 33.0% | 33.0% | 33.0%     |
| アスコルビン酸                            | 2.25% | 2.25% | 2.25%     |
| 安息香酸ナトリウム                          | 1.5%  | 1.5%  | 1.5%      |
| ソルビン酸                              | 0.75% | 0.75% | 0.75%     |
| EDTA                               | 0.75% | 0.75% | 0.75%     |
| ラウリル硫酸ナトリウム                        | 2.2%  | 3.0%  | 4.0%      |
| 水酸化ナトリウム2.0重量%溶液<br>により水相を右記のpHに調節 | 10.35 | 10.4  | 10.5      |
| エマルジョンの最終pH                        | 9.65  | 9.4   | 9.4       |
| 噴霧乾燥粉末、溶液透明性                       | 非常に透明 | 透明    | 透明        |
| ゼラチンデザートテスト*                       | 非常に透明 | 透明    | 透明        |
| 液体飲料テスト*                           | 非常に透明 | 透明    | SLで透明。乳白色 |

\* 元にもどしたもの

安定性データを下記表に記載する。

| カンタキ<br>サンチン | 温 度 | 時 間 | 容 器 | 保 持<br>% |
|--------------|-----|-----|-----|----------|
| 5%           | 室温  | 3   | 密閉  | 100      |
| 5%           | 45  | 1   | 開放  | 102      |
| 5%           | 45  | 1   | 密閉  | 103      |
| 5%           | 45  | 2   | 開放  | 100      |
| 5%           | 45  | 2   | 密閉  | 103      |
| 5%           | 45  | 3   | 開放  | 94       |
| 5%           | 45  | 3   | 密閉  | 100      |
| 7.5%         | 45  | 1   | 開放  | 100      |
| 7.5%         | 45  | 1   | 密閉  | 100      |
| 10%          | 45  | 1   | 開放  | 98       |
| 10%          | 45  | 1   | 密閉  | 94       |

## 実験例 3

5%の $\beta$ -アボ-8'-カルチナールを含み且つ下記表に記載した組成を有する水分散性噴霧乾燥 $\beta$ -アボ-8'-カルチナール粉末を、実験例1に記載の如くして調製したエマルジョンを噴霧乾燥することによりつくつた。

|                       |        |
|-----------------------|--------|
| $\beta$ -アボ-8'-カルチナール | 31.0%  |
| BHT                   | 15.0%  |
| dl- $\alpha$ -トコフェロール | 15.0%  |
| ゼラチン                  | 135.0% |
| 麦味食用澱粉                | 135.0% |
| サツカロース                | 135.0% |
| アスコルビン酸               | 1.5%   |
| ソルビン酸                 | 0.5%   |
| 安息香酸ナトリウム             | 1.0%   |

## EDTA

0.5%

## ラウリル硫酸ナトリウム

15.0%

水酸化ナトリウム  
(2.0重量%浴液)水相のpHを10.4  
にするに充分な量

## ソルビン酸

0.75%

## EDTA

0.75%

## ラウリル硫酸ナトリウム

7.4%

## 水酸化ナトリウム

pH 10.4とする  
(2.0重量%浴液)

## 実験例 4

セアキサンチン1%を含み且つ下記表に記載した組成を有する小ビーズを、実験例1に記載の如くして調製したエマルジョンからつくつた。

|                       |       |
|-----------------------|-------|
| セアキサンチン               | 17.1% |
| BHT                   | 22.5% |
| dl- $\alpha$ -トコフェロール | 22.5% |
| サツカロース                | 27.9% |
| ゼラチン                  | 33.0% |
| アスコルビン酸               | 2.25% |
| 安息香酸ナトリウム             | 1.5%  |

回転噴霧ヘッド及び逆回転ドラム(counter-rotating drum)を備えた装置を、該小ビーズをつくるために使用した。この装置において該エマルジョンを回転噴霧ヘッドの小さハオリフィスを通して押出した。得られる小滴は回転ドラム中の空気中に懸濁せしめられている粉末の液粉材料と接触する。ドラム及び噴霧ヘッドは、空気中の液粉粉末の懸濁物が、入つて来るエマルジョン噴霧体の小滴と反対の回転方向に飛を巻くように反対方向に回転する。

得られるエマルジョンを回転噴霧ヘッドへと送り込む。ドラムに約3分の1の部分充てなる迄予め乾燥した2%の"ドライ-フロ" (Dry-Flow) を送り込む。すべてのエマルジョンが"ドライ-フロ"中に捕集された後、穀粉と小ビーズとの混合物を約1時間放置せしめ、次いで150USSメッシュ面でふるい分ける。海上で保持されたカラチノイド含有粒子を集め、乾燥トレイ上に広げ、次いでオープン中で乾燥する。

この乾燥した自由流动性の小ビーズは動物飼料中の使用に適している。めんどりに与えた場合、そこに含まれる小さい粒径のアスタキサンチンは卵黄の着色効果を強める。

#### 実験例 5

1%のアスタキサンチンを含み且つ下記表に記

乾燥した自由流动性の小ビーズは動物飼料における使用に適している。めんどりに与えた場合、そこに含まれる小さい粒径のアスタキサンチンは黄卵着色効果を強める。

なお本実験の主な実験結果を示せば次の通りである。

- 1) (a) カロチノイド及び酸化防止剤の揮発性  
有機溶媒中の溶液をつくり、
- (b) ラクリル硫酸ナトリウム、水溶性組成物、防腐剤及び安定剤の水溶液をつくり、且つ該溶液のpHを約1.0乃至1.1に調節し、
- (c) 上記(a)及び(b)で得た溶液を高速での混合及び高剪断の両者を用いてエマルジョンをつくり、
- (d) 高速混合及び高剪断を保持しながら該有機

時間昭51-41732(9)  
成した形状を有するビーズを実験例1に記載の如くして調製したエマルジョンから作り、且つ実施例4の通りに乾燥した。

|                       |                     |
|-----------------------|---------------------|
| アスタキサンチン              | 1.71%               |
| BHT                   | 2.25%               |
| dl-a-トコフェロール          | 2.25%               |
| サンカロース                | 2.79%               |
| ゼラチン                  | 3.30%               |
| アスコルビン酸               | 2.25%               |
| 安息香酸ベンゼン              | 1.5%                |
| ソルビン酸                 | 0.75%               |
| EDTA                  | 0.75%               |
| ラクリル硫酸ナトリウム           | 7.4%                |
| 水酸化ナトリウム<br>(20%重液溶液) | pH 10.4とする<br>に充分な量 |

脂溶を除去し、そして

- (a) 水を用いて該エマルジョンの固形分含量を調節し、次いで得られるエマルジョンを噴霧乾燥する、

ことを特徴とする、カロチノイドが0.1ミクロンより小さい粒径を有する水-分散性カロチノイド含有粉末組成物の製造方法。

- 2) 該粉末の重量を基準とする重量ペーセントで、約2%乃至約15%のカロチノイド及び約1%乃至約6%のラクリル硫酸ナトリウムを含んで成る粉末組成物を提供するのに充分な量のカロチノイド及びラクリル硫酸ナトリウムを使用する上記実験例1に記載の方法。

- 3) 該粉末の重量を基準とする重量ペーセントで、約2%乃至約15%のカロチノイド、約1%

乃至約 6% のラウリル硫酸ナトリウム、約 7.5% 乃至約 9.0% の水溶性組体組成物、約 0.1% 乃至約 0.5% の防腐剤、約 0.05% 乃至約 0.3% の安定剤及び約 1% 乃至約 1.0% の酸化防止剤を含んで成る粉末組成物を提供するのに充分な量のカロチノイド、ラウリル硫酸ナトリウム、水溶性組体組成物、防腐剤、安定剤及び酸化防止剤を使用する上記図様 1 又は 2 に記載の方法。

4) 该水溶性組体組成物が炭水化物 1 部に対し、ゼラチン及び変性食用澱粉から成る群より選ばれた水溶性保護コロイド約 1.0% 乃至約 2% を含んで成る上記図様 1、2 又は 3 に記載の方法。

5) 该カロチノイドがカンタキサンチン、 $\beta$ -アボ-8'-カロチナール、ゼアキサンチン又はアスタキサンチンである上記図様 1 ～ 4 に記載の何

1% 乃至約 6% のラウリル硫酸ナトリウムを含んで成る上記図様 8 に記載の組成物。

10) 该組成物の重量を基準にして重量パーセントで、約 2% 乃至約 1.5% のカロチノイド、約 1% 乃至約 6% のラウリル硫酸ナトリウム、約 7.5% 乃至約 9.0% の水溶性組体組成物、約 0.1% 乃至約 0.5% の防腐剤、約 0.05% 乃至約 0.3% の安定剤及び約 1% 乃至約 1.0% の酸化防止剤を含んで成る上記図様 8 又は 9 に記載の組成物。

11) 该水溶性組体組成物が炭水化物 1 部に対して、ゼラチン及び変性食用澱粉から成る群より選ばれた水溶性保護コロイド約 1.0% 乃至約 2% を含んで成る上記図様 8、9 又は 10 に記載の組成物。

12) 该カロチノイドがカンタキサンチン、 $\beta$

れかの方法。

6) 前記に特定的に記載された、特に前記実例に適して記載された水一分散性カロチノイド含有粉末組成物の製造方法。

7) 前記図様 1 ～ 6 の何れかに記載の方法又はそれと明らかに等価な方法により製造されたカロチノイド及びラウリル硫酸ナトリウムを含んで成る、カロチノイドが 0.1 ミクロンより小さい粒径を有する水一分散性カロチノイド含有粉末組成物。

8) カロチノイド及びラウリル硫酸ナトリウムを含んで成る、カロチノイドが 0.1 ミクロンより小さい粒径を有する水一分散性カロチノイド含有粉末組成物。

9) 该組成物の重量を基準とする重量パーセントで、約 2% 乃至約 1.5% のカロチノイド及び約

アボ-8'-カロチナール、ゼアキサンチン又はアスタキサンチンである上記図様 8 ～ 11 の何れかに記載の組成物。

特許出願人 エフ・ホフマン・ラ・ロツシュ・ウント・カンパニー・アクチエンゲゼルシャフト

代理人 千里士 小出島 平吉

## 6. 添付書類の目録

|                 |     |
|-----------------|-----|
| 1. 明細書          | 1通  |
| 2. 委任状及びその訳文    | 各1通 |
| 3. 優先権証明書及びその訳文 | 各1通 |

3行削除

## 7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

## (1) 発明者

住所 アメリカ合衆国ニュージャージイ州・フォートリー  
 氏名 ホリゾンロード1  
 住所 アメリカ合衆国ニュージャージイ州・ウエストオレンジ  
 氏名 マルコ・アルフレッド・カナゴンガ  
 住所 レノンクスティラス35  
 氏名 アーノルド・コツフ

住所

氏名

住所

氏名

## (2) 特許出願人

住所

名称

(氏名)

代表者

国籍

## (3) 代理人

住所 東京都港区赤坂1丁目9番15号  
 日本自動車会館

氏名